Agilent 355 SCD による全硫黄分析

技術概要

緒言

化学発光硫黄検出器 (SCD) を搭載したガスクロマトグラフは、天然ガス、エチレン、プロピレン、液化石油ガス、ガソリン、ディーゼル燃料などの、石油や石油化学原料や、製品中に存在する硫黄化合物を同定および定量するための迅速な分析手段です。多くの場合、化合物を種分化する必要なく、硫黄総含有量をシンプルに測定できます。GC カラムを適切なトランスファラインに交換し、インジェクタを検出器に接続することも可能です。本資料では、GC と SCD を用いたサンプルの硫黄含有量の全硫黄の迅速な定量分析について簡潔に説明します。

実験条件は以下のとおりです。Agilent 355 SCD は、FID とともに標準条件に従い操作しました。スプリット/スプリットレスインジェクタから FID まで 3 m の高純度ステンレストランスファライン。オーブン、インジェクタ、検出器温度 200 °C。1 L インジェクタスプリット比 1:10。インジェクタヘッド圧 10 psi。

図 1 には、高純度ベンゼン中に存在する 1 ppm wt の硫黄 (チオフェン) の測定結果を示しています。分析は非常に迅速で、実際の測定には 15 秒もかかっていないことに注目してください。ただし、サンプルハンドリング、システムキャリブレーション、その他の要件などのため、実際の分析時間はこれより長くなります。

この方法を用いると、優れた感度、選択性、精度、直線性が得られます。たとえば、ベンゼン中の全硫黄の検出下限は、100 ppb wt 未満です。

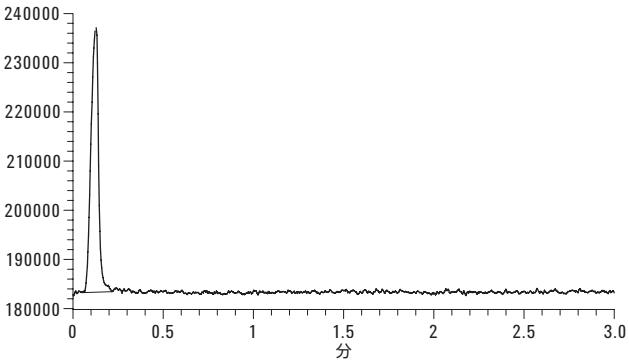

図 1.　チオフェンとして 1 ppm の硫黄

この方法の精度は、1 ppm wt レベルで非常に良好で、相対標準偏差は約 2% です。ベンゼン中の 1 ppm wt (硫黄) のチオフェンの場合、平均面積は 157,600 の面積カウントで、標準偏差 (n=5) が 3,080 で、これより RSD は 1.95% でした。

直線性と精度の両方について、この方法で得られた 7 つのガソリンサンプルで硫黄分析と Western States Petroleum Association (WSPA) により測定された結果との比較を図 2 に示します。

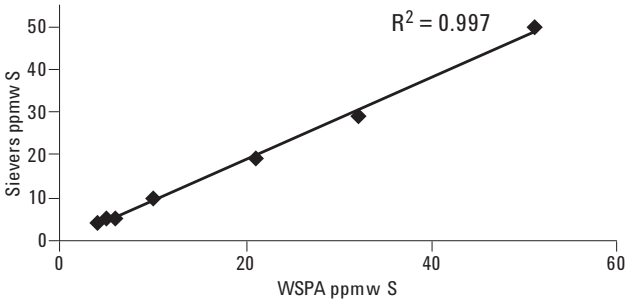

図 2.　ガソリン中の全硫黄に対する Agilent 355 SCD と WSPA の結果の間の関連性

ラボによる硫黄分析結果の関連性

この分析法での化学発光 TSA および WSPA 結果のキャリブレーションは、適切に作成した標準試料を使用して達成されます。このときサンプルと標準マトリクスをできる限り一致させる必要があります。たとえば、ベンゼンサンプル中の硫黄を測定する場合には、ベンゼン標準マトリクスを使用します。すべての硫黄化合物が同じレスポンスを示すため、キャリブレーションには、1 種類の硫黄化合物を使用するだけで問題ありません。非揮発性硫黄化合物は注入ポートに留まるため、検出されないので注意してください。アナライザの直線性は、3 桁以上なので、複数のキャリブレーション点を作成する必要は必ずしもありません。この方法はシンプルで、正確で、精密です。

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
June 26, 2007
5989-6792JAJP

Agilent Technologies